

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-241935

(43)Date of publication of application : 11.09.1998

(51)Int.CI.

H01F 10/08
G11B 5/66
G11B 5/85
H01F 41/18

(21)Application number : 09-046684

(71)Applicant : TOSHIBA CORP

(22)Date of filing : 28.02.1997

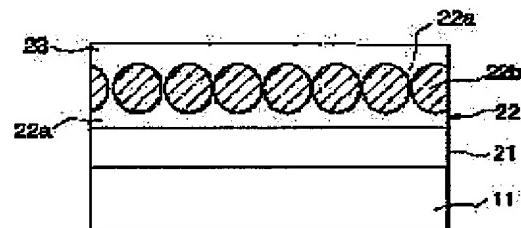
(72)Inventor : OGAWARA HIDEO
YUZUSU KEIICHIROU
ICHIHARA KATSUTARO

(54) MAGNETIC RECORDING MEDIUM AND ITS MANUFACTURE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a magnetic recording medium which does not produce much noise, has high resolution, an average particle diameter which is controlled to reduce particle size fluctuation, an appropriate Hc (coercive force), and an improved S* (coercive force squareness ratio).

SOLUTION: A magnetic recording medium has a base layer 21 and a magnetic thin film 22 in which magnetic particles 22b are scattered in a nonmagnetic base material 22a on a substrate 11. In a method for manufacturing the medium, the magnetic particles 22b are deposited on the base layer 21 in a state where the main component of the nonmagnetic base material 22a is preferentially deposited on the base layer 21 material by supplying the main component of the base layer 21 and the raw material of the magnetic particles 22b and accelerating the surface movement of the material to be deposited on the base layer 21 after the base layer 21 is formed. Therefore, a magnetic recording medium having the magnetic thin film 22 formed by selectively depositing the nonmagnetic base material 22a on the base layer 21 containing the nonmagnetic base material as a main component and depositing the magnetic particles 22b and the nonmagnetic base material 22a on the selectively deposited nonmagnetic base material 22a is obtained.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 06.09.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 13.01.2004

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

Copyright (C), 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-241935

(43) 公開日 平成10年(1998)9月11日

(51) Int.Cl.^a
H 01 F 10/08
G 11 B 5/66
5/85
H 01 F 41/18

識別記号

F I
H 01 F 10/08
G 11 B 5/66
5/85
H 01 F 41/18

Z

審査請求 未請求 請求項の数3 O.L (全8頁)

(21) 出願番号 特願平9-46684

(22) 出願日 平成9年(1997)2月28日

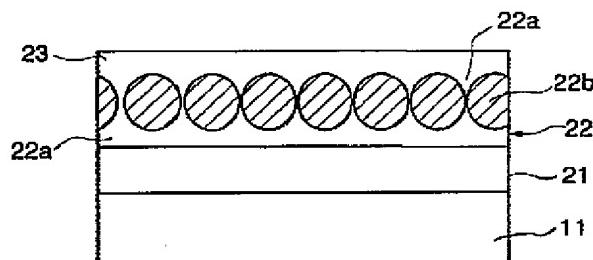
(71) 出願人 000003078
株式会社東芝
神奈川県川崎市幸区堀川町72番地
(72) 発明者 萩原 英夫
神奈川県川崎市幸区小向東芝町1番地 株式会社東芝研究開発センター内
(72) 発明者 柚須 圭一郎
神奈川県川崎市幸区小向東芝町1番地 株式会社東芝研究開発センター内
(72) 発明者 市原 勝太郎
神奈川県川崎市幸区柳町70番地 株式会社東芝柳町工場内
(74) 代理人 弁理士 鈴江 武彦 (外6名)

(54) 【発明の名称】 磁気記録媒体およびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 低ノイズ、高分解能で、しかも平均粒径が制御され粒径ばらつきが少なく、Hcが適正化され、S+が向上した磁気記録媒体を提供する。

【解決手段】 基材(11)上に、下地層(21)と、非磁性母材(22a)中に磁性粒子(22b)が分散した磁性薄膜(22)とを有する磁気記録媒体を製造するにあたり、下地層を形成した後、下地層の主成分および磁性粒子の原料を供給するとともに、下地層上に被着する物質の表面移動を促進させ、下地層上に非磁性母材の主成分を優先的に被着させた状態で磁性粒子を析出させることにより、下地層および非磁性母材の主成分が同一の材料であり、下地層上に非磁性母材が選択的に析出し、その上に磁性粒子および非磁性母材が析出した構造を有する磁性薄膜(22)とを有する磁気記録媒体を製造する。



粒子および非磁性母材が析出した構造を有することを特徴とするものである。

【0009】本発明の磁気記録媒体の製造方法は、基材上に、下地層と、非磁性母材中に磁性粒子が分散した磁性薄膜とを有する磁気記録媒体を製造するにあたり、下地層を形成した後、下地層の主成分および磁性粒子の原料を供給するとともに、下地層上に被着する物質の表面移動を促進させ、下地層上に非磁性母材の主成分を優先的に被着させた状態で磁性粒子を析出させることを特徴とするものである。

【0010】本発明の他の磁気記録媒体の製造方法は、基材上に、非磁性母材中に磁性粒子が分散した磁性薄膜を有する磁気記録媒体を製造するにあたり、磁性薄膜成膜時に基板バイアスを印加し、成膜中に基板バイアスを低下させることを特徴とするものである。

【0011】

【発明の実施の形態】以下、本発明をさらに詳細に説明する。本発明の磁気記録媒体を構成する磁性薄膜は、非磁性母材中に磁性粒子が孤立して分散した微細構造を有する。すなわち、非磁性体のネットワーク中に磁性粒子が形成され、粒間交換相互作用が実質的に分断され、磁化反転単位が物理的な粒子の大きさとほぼ一致している構造を意味する。

【0012】本発明の1つの方法では、基材上に下地層を形成した後、下地層の主成分および磁性粒子の原料を供給するとともに、下地層上に被着する物質の表面移動を促進させ、下地層上に非磁性母材の主成分を優先的に被着させた状態で磁性粒子を析出させる。したがって、この方法で成膜される磁性薄膜は、下地層および非磁性母材の主成分が同一の材料であり、下地層上に非磁性母材が選択的に析出し、その上に磁性粒子および非磁性母材が析出した構造を有する。

【0013】この方法は以下のようないくつかの原理に基づくものである。本発明では下地層および非磁性母材の主成分を同一の材料とし、下地層上に飛来するスパッタ物質すなわち磁性粒子および非磁性母材の表面移動を促進させるようにしている。スパッタ物質の表面移動を促進させる手段としては、例えば基板にバイアス電圧を印加し、基板近傍でプラズマを生成させ、プラズマ中のイオンを加速して成長膜面に入射する方法が用いられる。また、この方法以外にも、イオン源からのイオン照射、赤外線ランプなどを用いた基板表面の加熱、またはこれらの方法を組み合わせて用いてもよい。

【0014】上記のようにスパッタ物質の表面移動を促進させると、固相と気相との界面にはスパッタ物質によって形成される液相状態が存在する。磁性薄膜成膜の開始時には、液相中の磁性粒子成分および非磁性母材成分の比率は、気相中とほぼ一致している。この比率は、ターゲット組成とターゲットを衝撃する条件で決定される。磁性薄膜成膜の初期過程においては、下地層上に飛

来た磁性粒子および非磁性母材のうち、下地層とのぬれ性に優れた母材が下地層上に優先的に析出し始める。母材成分が優先的に析出し始めると、液相中の磁性粒子成分の比率が徐々に増加する。磁性粒子成分が臨界点を超えると、母材上に磁性粒子が所定の大きさで析出し、同時に磁性粒子の間隙には母材が析出する。ここで、所定の大きさの磁性粒子とは、高線密度に十分対応できる程度に小さく、熱擾乱に十分に耐え得る程度に大きいサイズを意味する。なお、具体的な粒径範囲は、線密度の設計と、用いる磁性材料の磁気異方性エネルギーに依存する。

【0015】この方法において、基板としては、ガラス、アルミニウム、シリコン、プラスチックなどが用いられる。基板の形状は、ディスク、テープ、ドラムのいずれでもよい。磁性粒子材料としては、CoPt、CoCr、CoTaCr、CoNiCr、CoPtCr、CoNiTaなどが挙げられる。また、下地層および非磁性母材の材料としては、SiO₂、SiO、Si₃N₄、Al₂O₃、AlN、Ta₂O₅、TiN、BN、CaF、TiF、C、PTFE（ポリテトラフルオロエチレン）などが挙げられる。下地と母材との組み合わせは、材料もスパッタ条件も一致させるのが最も好ましいが、良好なぬれ性を維持できれば異なるスパッタ条件を用いてもよい。また、下地と母材で異なる材料を用いてもよい。なお、基板材料と母材とが同一の材料である場合には、特に下地層を設けなくてもよい。この場合、グラニュラー磁性薄膜のスパッタ条件を調整して基板と性状の近い母材を形成することが好ましい。保護膜の材料は特に限定されず、母材と同一の材料を用いてもよいし、異なる材料を用いてもよい。

【0016】本発明の他の方法では、磁性薄膜成膜時に基板バイアスを印加し、成膜中に基板バイアスを低下させる。この方法において、磁性薄膜成膜初期には、磁性粒子の核生成を促進させて凝集しやすくするために、大きなパワーの基板バイアスを印加する。一方、核生成後には核生成時ほどのパワーを印加しなくても、磁性粒子は凝集する。反対に、常に大きなパワーの基板バイアスを印加していると、逆スパッタ効果が大きくなるため、基板バイアスのパワーを低下させることが効果的である。基板バイアスの大きさは、下地の有無、磁性粒子、非磁性母材のスパッタレートなどの条件で変化するが、これらを調節することによって、磁性粒子の粒径および分散性を制御することができる。また、基板バイアスの低下のさせ方に関しても、段階的に低下させてもよいし、連続的に低下させてもよい。

【0017】従来、基板バイアスを印加して磁性粒子の成長を制御する方法は知られている（例えば特開平7-98835号公報）。しかし、一般的には基板バイアスを一定に保持しているため、膜厚方向の全体にわたる粒子成長の制御は実現できていない。これは、基板または

SiO_2 母材22a中に分散した部分とからなり、さらにその上に SiO_2 保護膜23が形成されている。磁性薄膜22が上記のような微細構造を有するのは以下のような理由によると考えられる。すなわち、Cr下地層24に対するぬれ性は SiO_2 よりも CoPtの方が高い。このため、スパッタ物質が液相状態にあるときに、まず Cr下地層24上に CoPtが優先的に析出して円錐状に成長し、液相中のCoPtが減少して臨界点以上になると円錐状のCoPt磁性粒子の上部に SiO_2 が析出し、さらに液相中の SiO_2 が減少して臨界点以上になると球状のCoPt磁性粒子が SiO_2 母材中に分散して析出する。

【0028】この磁気記録媒体の静磁気特性を調べたところ、残留磁化・膜厚積 M_{rt} は0.7 memu/cm²、保磁力 H_c は2000Oe、保磁力角形比 S^* は0.65であった。実施例1-1と比較して S^* が低いのは、形状の異なる2種類の磁性粒子が存在するためであると考えられる。実施例1-1と比較して H_c が低いのは、円錐状粒子が球状粒子の成長を阻害するためであると考えられる。

【0029】この磁気記録媒体の電磁変換特性を調べたところ、200kfcの周波数で単位トラック当たりの規格化媒体ノイズは0.011 $\mu\text{m}^{1/2}\ \mu\text{V}_{\text{rms}}/\mu\text{V}_{\text{dc}}$ であった。実施例1-1と比較して若干ノイズが大きいのは、Crに連結した円錐状粒子が物理的には SiO_2 母材で分離されているが、Crの伝導電子を介した交換結合が作用するためであると考えられる。

【0030】次に、実施例1-1と同様にして記録磁極の B_s が1.3T、トラック幅が1 μm の記録ヘッドを用い、20nmの浮上量で記録特性を調べたところ、記録電流が30mAでのオーバーライト消去比は-35dBであった。記録特性は実用範囲ではあるが、実施例1-1と比較してかなり劣る。これは、保磁力が小さく記録しやすいものの、 S^* が低いことから飽和記録に必要な磁界強度が大きいためである。線記録密度性能の指標となる D_s 値は、 H_c が低いことに起因して、約130kfcであった。

【0031】比較例1-2

この例では、 Si ディスク基板上に直接磁性薄膜を形成することを試みた。予備的な実験の結果、 Si ディスク基板上に直接磁性薄膜を形成する場合には、膜厚が20nm程度では十分な保磁力が得られないことが判明したので、磁性薄膜の膜厚を50nmに設定した。この場合、下地層の形成を行わなかった以外は実施例1-1と同様にして磁気記録媒体を作製した。

【0032】図4に得られた磁気記録媒体の断面TEM観察による微細構造を示す。基板11上に形成された磁性薄膜22は、基板11上に近接して SiO_2 母材22aが優先的に析出した部分と、 SiO_2 母材22a中に粒径の小さいCoPt磁性粒子22bが分散して3層程

度積層された部分とからなっていた。最上層のCoPt磁性粒子22bの粒径は実施例1-1とほぼ同程度であったが、基板11に近接した部分のCoPt磁性粒子22bの粒径は非常に小さかった。この場合、 Si 基板に対するぬれ性はCoPtよりも SiO_2 の方が高いため、成長初期段階で基板上に SiO_2 が優先析出するが、実施例1-1の場合ほど優先的に析出するわけではなく、 SiO_2 が十分に析出する前にCoPt粒子が析出し始める。このように液相中のCoPt量が十分増加する前にCoPtが析出するため、1層目のCoPt磁性粒子は粒径が非常に小さい。この段階では SiO_2 母材が下地としての役目を果たすため、2層目のCoPt磁性粒子は1層目よりも粒径が大きくなる。同様に、3層目のCoPt磁性粒子は2層目よりも粒径が大きくなる。

【0033】この磁気記録媒体の静磁気特性を調べたところ、残留磁化・膜厚積 M_{rt} は1.2 memu/cm²、保磁力 H_c は2000Oe、保磁力角形比 S^* は0.4であった。 S^* が非常に小さいのは、上記のような微細構造に起因している。また、磁性薄膜の膜厚が50nmと厚いにもかかわらず、1層目のCoPt磁性粒子が超常磁性的に振る舞うため、 M_{rt} はそれほど大きくない。 H_c は、3層目に関しては実施例1-1と同程度の2500Oeのレベルと思われるが、1層目および2層目の影響により小さくなっている。

【0034】この磁気記録媒体の電磁変換特性を調べたところ、120kfcの周波数で単位トラック当たりの規格化媒体ノイズは0.01 $\mu\text{m}^{1/2}\ \mu\text{V}_{\text{rms}}/\mu\text{V}_{\text{dc}}$ 未満であった。なお、記録周波数を低くしているのは、 M_{rt} を実施例1-1ほど小さくできないため、記録分解能が低いことによる。

【0035】次に、実施例1-1と同様にして記録磁極の B_s が1.3T、トラック幅が1 μm の記録ヘッドを用い、20nmの浮上量で記録特性を調べたところ、記録電流が30mAでのオーバーライト消去比は-25dBであり、実用範囲には達しなかった。これは、保磁力が小さく記録しやすいものの、 S^* が非常に低いことから飽和記録に必要な磁界強度が大きいためである。線記録密度性能の指標となる D_s 値は、 H_c が低いことに起因して、約90kfcであった。

【0036】比較例1-3

この例では、基板バイアスを印加しなかった以外は実施例1-1と同様にして磁気記録媒体を作製した。また、磁性薄膜の膜厚は、比較例1-2と同じく50nmとした。

【0037】図5に得られた磁気記録媒体の断面TEM観察による微細構造を示す。基板11上に SiO_2 下地層21が形成され、その上に磁性薄膜22が形成されている。この磁性薄膜22の下地層21に接する部分には SiO_2 母材22aおよびCoPt磁性粒子22bの両

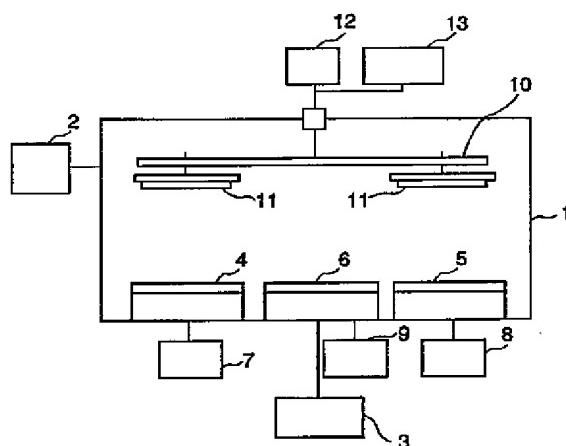
11

保磁力 H_c は比較例2-2と同程度である。実施例2-2は粒子成長が促進されているため、比較例2-2のグラニュラー媒体と比較して、 H_c が約5000e大きくなっている。実施例2-4は膜厚が厚いが、膜厚方向に積層された2層の磁性粒子とともに粒径が比較的大きく、3次元的な分散性が良好である。また、磁性粒子が積層されているにもかかわらず、活性化磁気モーメント v_{1sb} は磁性粒子が単層の場合とほぼ等しい値をとることからも、分散性が良好であることがわかる。実施例2-5の結果からは、磁性粒子の形状を円柱状または楕円体にしても、静磁気特性をほとんど変えないように制御できることがわかる。実施例2-6はCr下地層の結晶性を利用して磁性薄膜の結晶配向性を向上させているので、 H_c が25000eに向上している。

【0052】次に、各磁気記録媒体について、スピンドル形のディスク評価装置で電磁変換特性を調べた。記録にMIGヘッド(ギャップ長0.3μm、トラック幅4.0μm)、再生にMRヘッド(ギャップ長0.14μm、トラック幅2.7μm)を用い、浮上量40nmで測定した。記録密度150kfc/sで記録した信号の規格化媒体ノイズは、実施例2-1~6で0.015~0.02μm^{1/2}μV_{rms}/μV_{dc}、比較例2-2(従来のグラニュラー媒体)で0.02μm^{1/2}μV_{rms}/μV_{dc}と低ノイズを示したが、比較例2-1(金属薄膜媒体)では0.025μm^{1/2}μV_{rms}/μV_{dc}とややノイズが大きかった。

【0053】さらに、記録密度20kfc/sで記録した上に、80kfc/sで記録したときのオーバーライト消去率を測定した。すべてのディスクに関して、記録電流20mAで-35dB以上と良好な値を示した。実施例2-4は、磁性粒子が膜厚方向に三次元的に分散した微細構造を有するにもかかわらずオーバーライト特性が良好であり、膜厚方向の分散性が制御できていることが示す。

【図1】



12

*された。以上のように、成膜中の基板バイアスを制御することにより、低ノイズで、かつオーバーライト特性に優れた磁気記録媒体を製造できることがわかった。

【0054】

【発明の効果】以上詳述したように本発明によれば、低ノイズ、高分解能で、しかも平均粒径が制御され粒径ばらつきが少なく、 H_c が適正化され、 S^* が向上した磁気記録媒体を提供できる。

【図面の簡単な説明】

10 【図1】本発明の実施例において用いたスパッタリング装置の構成図。

【図2】実施例1-1の磁気記録媒体の断面図。

【図3】比較例1-1の磁気記録媒体の断面図。

【図4】比較例1-2の磁気記録媒体の断面図。

【図5】比較例1-3の磁気記録媒体の断面図。

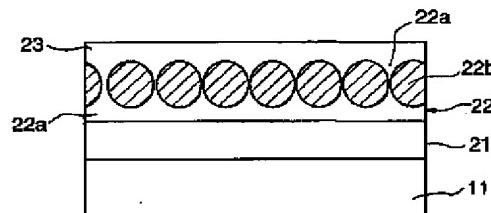
【図6】実施例2-2の磁気記録媒体の断面図。

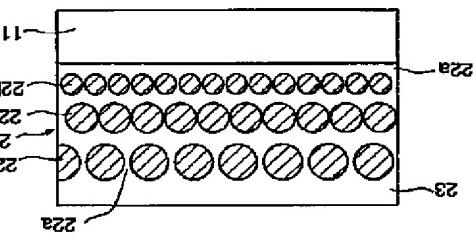
【図7】実施例2-4の磁気記録媒体の断面図。

【符号の説明】

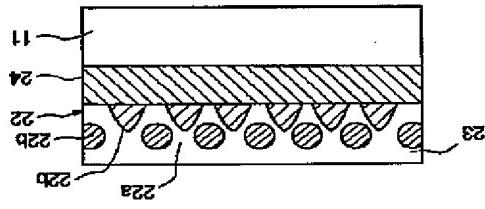
- | | |
|-------|--------------------------|
| 1 | …スパッタ室 |
| 2 | …排気系 |
| 3 | …ガス供給系 |
| 4 | …磁性体ターゲット |
| 5 | …母材ターゲット |
| 6 | …下地ターゲット |
| 7、8、9 | …電源 |
| 10 | …基板ホルダ |
| 11 | …ディスク基板 |
| 12 | …自公転制御系 |
| 13 | …RF電源 |
| 21、24 | …下地層 |
| 22 | …磁性薄膜、22a…非磁性母材、22b…磁性粒子 |
| 23 | …保護膜 |

【図2】

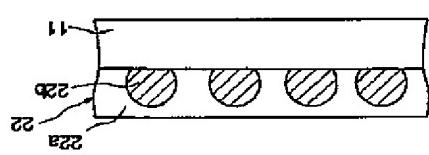




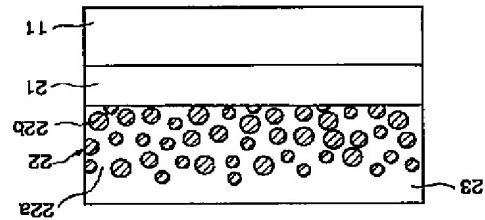
[図4]



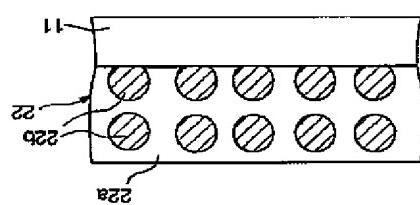
[図3]



[図6]



[図5]



[図7]